

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭62-149984

⑬ Int.Cl.⁴

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 昭和62年(1987)7月3日

D 06 M 15/693
B 29 D 30/40
C 08 J 5/06
D 06 M 11/00

CEQ

6768-4L
8117-4F
7206-4F
B-8521-4L

審査請求 未請求 発明の数 2 (全10頁)

⑮ 発明の名称 接着性に優れたゴム補強用炭素繊維コード及びその製造法

⑯ 特 願 昭60-289307

⑰ 出 願 昭60(1985)12月24日

⑱ 発 明 者	小 川	博 靖	三島市初音台16-10
⑱ 発 明 者	市 丸	和 宏	静岡県駿東郡長泉町上土狩234
⑱ 発 明 者	高 橋	修 二	平塚市高村203-11-101
⑱ 発 明 者	鈴 木	康 雄	平塚市中原3-19-7
⑲ 出 願 人	東邦レーヨン株式会社		東京都中央区日本橋3丁目3番9号
⑲ 出 願 人	横浜ゴム株式会社		東京都港区新橋5丁目36番11号
⑳ 代 理 人	弁理士 土居 三郎		

明 細 書

発明の名称

1. 発明の名称

接着性に優れたゴム補強用炭素繊維コード及びその製造法

2. 特許請求の範囲

(1) 銅、ニッケル、亜鉛若しくはコバルトを、炭素繊維と前記銅等の合計量に対し0.1~10重量%、及び、レゾルシンホルムアルデヒド縮合物とゴムラテックスとの混合物を炭素繊維量に対し10~70重量%を付着したゴム補強用炭素繊維コード。

(2) 銅、ニッケル、亜鉛若しくはコバルト又は前記銅等の化合物、及び、レゾルシンホルムアルデヒド縮合物とゴムラテックスとの混合物(以下該混合物をRFLという)を含む水分散液に炭素繊維束を浸漬し、或いは、まず銅、ニッケル、亜鉛若しくはコバルト又は前記銅等の化合物を含む水性液(第1浴)に、次いでRFLを含む水分散液(第2浴)に炭

素繊維束を浸漬して、液と炭素繊維束との間に直流電流を通すことを特徴とするゴム補強用炭素繊維コードの製造法。

(3) 銅、ニッケル、亜鉛若しくはコバルト又は前記銅等の化合物、及びRFLを含む水分散液を陽極とし炭素繊維束を陰極とすることを特徴とする特許請求の範囲(2)項記載の製造法。

(4) 第1浴において炭素繊維束を陰極とし、第2浴において炭素繊維束を陽極とすることを特徴とする特許請求の範囲(2)項記載の製造法。

3. 発明の詳細な説明

(技術分野)

本発明は、炭素繊維束に銅等とRFLを付したゴム補強用炭素繊維コード及びその製造法に関するものである。

(従来技術)

近年、炭素繊維(炭素含有量95重量%以上の狭義の炭素繊維及び炭素含有量80~95重量%の

炭素質繊維を含めて炭素繊維と称する)は、高い比強度、比弾性率を有していることから、長繊維、短繊維の形で複合されて使用されている。特に、RFL、即ち、レゾルシンホルムアルデヒド縮合物とゴムラテックスとの混合物を被覆材として付着させた炭素繊維コードは、ゴムの補強材として、タイヤ、ベルトなどの工業材の分野に用途が拡がる傾向にある。

しかしながら、RFLを被覆した炭素繊維は、ゴムとの接着性がRFLを被覆しない場合に比べ向上しているものの、充分満足のいく接着性は得られていない状況にある。

一般に、RFLの被覆方法としては、例えば、繊維束を被覆材の水分散液に浸漬するか、あるいは、水分散液をスプレーするなどの方法が採用されている。

しかしながら炭素繊維の太さが、通常15ミクロン以下～1ミクロンであるのに対し、RFLの粒径は5～0.1ミクロンであることや、炭素繊維自体が、RFLとなじみが弱いことのため

- 3 -

本発明は、銅、ニッケル、亜鉛又はコバルトを、炭素繊維と前記銅等の合計量に対し0.1～10重量%、及び、レゾルシンホルムアルデヒド縮合物とゴムラテックスとの混合物を炭素繊維量に対し10～70重量%付着したゴム補強用炭素繊維コードである。

また、本発明は、銅、ニッケル、亜鉛若しくはコバルト又は前記銅等の化合物、及び、レゾルシンホルムアルデヒド縮合物とゴムラテックスとの混合物(RFL)を含む水分散液に炭素繊維束を浸漬し、或いは、まず銅、ニッケル、亜鉛若しくはコバルト又は前記銅等の化合物を含む水性液(第1浴)に、次いでRFLを含む水分散液(第2浴)に炭素繊維束を浸漬して、液と炭素繊維束との間に直流電流を通すことを特徴とするゴム補強用炭素繊維コードの製造法である。

本発明における炭素繊維束は、アクリロニトリルを主成分とする公知の重合体繊維を空气中200～300℃にて0.1～100分間炭化処理したの

- 5 -

に、炭素繊維束内部の単繊維にまでRFLを充分浸漬させて単繊維を有効に被覆し、且つ繊維とRFLとの接着性を高めることは難しかった。このため、RFLを被覆した炭素繊維コードにあつては、ゴムとRFLとは接着するけれども、RFLと繊維との接着が不充分であり、この結果、ゴムに補強した際、屈曲疲労抵抗性が低いという傾向があった。

(発明の目的)

本発明者らは、上記のごとき欠点を有しないゴム補強用コードとその製造法につき検討した結果、本発明に至ったものである。

本発明は、RFLの水分散液を用いて、炭素繊維束内部に含浸し、構成される単繊維にRFLを十分に付与したコード及びその製造法を提供しようとするものである。

また、本発明の目的は、RFLと単繊維の接着力とコードとゴムとの接着性を高めたコード及びその製造法を提供することである。

(発明の構成及び作用)

- 4 -

ち、窒素ガス又は不活性ガス中600～3000℃で焼成して得られる公知の炭素繊維の束であり、また、石油又は石炭のピッチを繊維状となし不融化处理したのち600～3000℃で窒素、アルゴン、ヘリウム等の雰囲気中で焼成して得られる公知の炭素繊維の束である。このものは、炭素含有量80重量%以上で、断面積 $2 \times 10^{-4} \sim 5 \times 10^{-4} \text{ mm}^2$ を有する単繊維の100～100,000本から構成された繊維束である。特に好ましいものは、体積電気抵抗値 $10^3 \sim 10^5 \Omega \text{ cm}$ を有し、強度 100 kgf/mm^2 以上、弾性率 $10 \times 10^3 \text{ kgf/mm}^2$ 以上の繊維束である。

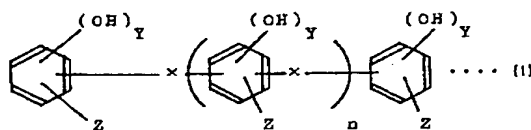
本発明におけるRFLは、レゾルシンホルマリノ初期縮合物とゴムラテックスの混合水分散液の形で使用され、この場合、レゾルシンホルマリノ初期縮合物とゴムラテックスの重量比を5/100～30/100とし、且つレゾルシンとホルマリノのモル比を1/0.5～1/3としたものが好ましい。

また、ゴムラテックスは、スチレン・ブタジエ

- 6 -

ン共重合ラテックス、ビニルピリジン・スチレン・ブタジエン共重合ラテックス、天然ゴムラテックス、アクリロニトリル・ブタジエン・ゴムラテックス、クロロブレンゴムラテックス等が好ましく、マトリックスのゴム材に応じて単独又は併用して使用する。これらの中で特にビニルピリジン・スチレン・ブタジエン共重合ラテックスを用いることが好ましい。

さらに、本発明において、前記RFLの他に、下記一般式(1)で表わされる化合物とアルデヒド類の縮合物とゴムラテックスの混合液を単独又はRFLと併用して用いることもできる。



ここで

X: メチレン基、 $-S_m-$ (S: 硫黄、 $m: 1 \sim 8$ の整数)、若しくは酸素原子

Y: 1又は2の整数

- 7 -

RFLの付着量は、炭素繊維束に対し10~70重量%である。10重量%未満の場合、ゴムと炭素繊維束の接着性が低下し、また、70重量%超の場合、炭素繊維コードが硬くなりコードの取扱性が劣る傾向となる。

本発明において、1浴方式にて銅とRFLを付着する場合、銅又は銅化合物の濃度1~100g/l、RFL濃度10~300g/lが用いられ、温度5~50℃にて炭素繊維束を浴に浸漬し、浸漬時間1~80秒として繊維束を陰極とし、浴を陽極として、1ボルト以上、好ましくは10ボルト以上で、電流密度1mA/cm²以上となることとして通電して行なう。この場合RFLの硬化を防止する点から0.01~5A/cm²が好ましい。通常、上記の工程は、炭素繊維束の電気抵抗値や、浴の電気抵抗や、付着する銅の量や、RFLの量によって通電電圧及び電流密度を変化させて行なわれる。

炭素繊維束を浴に浸漬して回分的又は連続的にローラーを介して処理されるが、繊維束内部へ

- 9 -

Z: 水素原子、ハロゲン原子、アルキル基、アリル基、アリルオキシ基、アルコキシ基

n: 0~15

以下、銅又は銅化合物の場合を例として説明するが、説明事項は、事柄の性質に反さない限り、他のニッケル等の場合についても同様に適用できる。

本発明において、銅は、水溶性の銅化合物、例えば、硫酸銅、塩化銅、硝酸銅、銅アンモニア錯体など水に溶解性を有する化合物である。炭素繊維束への銅又は銅化合物及びRFLの付着は、1浴にて行なう方式(1浴方式という)と2浴を用いて行なう方式(2浴方式という)のいずれかが用いられる。

銅の付着量は、炭素繊維と銅の合計量に対して0.1~10重量%である。0.1重量%未満の場合、炭素繊維束とRFLの接着性が低下し、また、10重量%超の場合、RFLとゴムとの接着性が低下する傾向にある。

- 8 -

の含浸を高めるため、また、効率的に処理するためには、連続的に処理することが望ましい。電流を炭素繊維束と浴の間で効率的に通すことが、炭素繊維束内部への含浸性を高めるうえで好ましく、そのためには、浴と繊維束の間でのみ電流が通る構造の設備を用いることが望ましい。第1図は本発明において用いられる装置の一例を示す概念図である。第1図において1は繊維束、2は電気的に絶縁された処理浴、3は電極である。電極は、銅などの金属材、炭素材の板材、棒状、ネット状などの形状をしたものが使用される。4、5、6、7はローラーで、そのうち4、7の各ローラーは回転可能な通電用電極ローラーであり、金属、カーボン材などの導電材にて作られる。5、6の各ローラーは電気的に絶縁されている回転可能なガイドローラーで、8、9は夫々供給ローラーと引取ローラーである。10は銅又は銅化合物、及び、RFLを含む水分散液を示す。

2浴方式にて銅とRFLを付着する場合、銅又

- 10 -

は銅化合物の浴(第1浴)の濃度 $1 \sim 100g/l$ 、温度 $5 \sim 50^\circ C$ とし、浸漬時間 $1 \sim 40$ 秒として、繊維束を陰極とし浴を陽極として1ボルト好ましくは10ボルト以上で電流密度 $0.1 \sim 5A/cm^2$ の条件にて通電して行なう。

処理装置は、例えば1浴方式と同じ装置を用いることができる。銅は炭素繊維束内部の単繊維を被覆することく付着させることが好ましく、また、その厚みは $0.01 \sim 0.1$ ミクロンが特に望ましい。従って、処理に当っては、1浴方式と同様、単繊維への均一な被覆を行なうよう電圧、電流密度を選ぶことが望ましい。RFLを含む水分散液の浴(第2浴)では、濃度 $10 \sim 30g/l$ 、温度 $5 \sim 50^\circ C$ 、浸漬時間 $1 \sim 80$ 秒として、銅付着した炭素繊維を陽極とし、浴を陰極として1ボルト好ましくは5ボルト以上で、電流密度 $0.01 \sim 10A/cm^2$ 、好ましくは $0.05 \sim 5A/cm^2$ の条件にて通電を行なう。

RFLを含む浴での通電はRFLが硬くならない程度にゆるやかな電流密度で行なうことが望

ましい。この2浴方式の場合、用いる装置の一例を概念図で第2図に示す。

第2図において、11は銅化合物液であり、12はRFL水分散液である。他の番号は第1図と同じである。

1浴方式及び2浴方式において、通電処理している際の炭素繊維束における張力は繊維束がたるまない程度の範囲が適当であり、通常 $10 \sim 100mg/d$ が採用される。

以上のごとくして得た銅とRFLの付着した炭素繊維束は、通常、被覆材が反応又は分解しない温度以下にて水を除去し乾燥する。

一般には、 $80 \sim 150^\circ C$ にて $1 \sim 10$ 分乾燥する。次いで $200 \sim 240^\circ C$ にて $1 \sim 3$ 分間熱処理を行なう。通電によって、選択的に付着する傾向があるので、付着した銅やRFLの割合をみながら、浴の組成を調整して付着させる。

(発明の効果)

本発明の方法は、炭素繊維束を被覆材の液に浸漬している間に通電して、電気的に被覆材の

- 11 -

微粒子と銅とを誘引し、繊維束内部にまで含浸させ得るために、繊維束内部にある単繊維が充分被覆されると共に、繊維束全体に均一な付着がされる。このため、炭素繊維とRFLと銅の間が強く接着すると共に、RFLと銅の間とゴムとの接着性が向上する。特に、銅をRFLに含ませることにより電流密度が向上し、また、銅が炭素繊維表面により多く付着するので効果を発揮する。

(実施例及び比較例)

以下、本発明について実施例を挙げ、比較例も示して更に詳しく説明する。例中、特に、事例の性質に反さない限り、「%」、「部」は重量を意味する。

下記例において炭素繊維との接着力は、下記要領の引抜テスト、2プライ剥離テストにより、また、炭素繊維の屈曲疲労性は、下記要領の屈曲疲労テストにより測定した。

引抜テスト

下記表1に示す組成の未加硫ゴム配合物に炭

- 13 -

素繊維コードをコード長さ8mmで運込み、150℃で30分間加硫したものについて、加硫ゴムかにコードを引抜く力を測定する引抜テストで接着力を求めた。

2プライ剥離テスト

下記表1に示す未加硫ゴム配合物の幅25mm、長さ200mm、厚さ1.0mmのゴムシートの表層に、コード20本をゴムシートの長手方向に平行に並べ、その上を上記のゴムシートで覆い、更にその上に同様にコード20本をゴムシートの長手方向に平行に並べた後、再びゴムシートで覆う、いわゆる2プライ構造のゴム/コード/ゴム/コード/ゴムの積層体を作製し、 $30kg/cm^2$ の加圧下で $150^\circ C$ で30分間加硫後、コード周囲を剥離する剥離テストを行なって各コードの接着力を求め、また、剥離界面の状態を観察した。

第3図にここで用いる試料の形状を示す。第3図中、aはゴム層、bはコード層であり、コード層b間でコードの長手方向に沿って剥離を行なう。

- 14 -

屈曲疲労テスト

コードのゴム中での屈曲疲労性を測定するために、コードをゴムに埋め込み、一定のストロークで屈曲する、いわゆるディマチャー型屈曲疲労試験を実施した。

ゴムは表1に示す配合ゴムを用いた。

ディマチャー型屈曲疲労試験を行なったゴムブロックは、幅25.4mm、長さ76.2mm、厚さ6.35mmで、この中にコード3本を8.35mm間隔でゴムブロックの長手方向に埋め込み、148℃で30分間加熱することによって準備した。

このゴムブロックをストローク30mmで10万回屈曲させた後、ゴムブロックを3等分し、コード入りゴムブロックを採取し、このコード入りゴムブロックを引張りスピード300mm/分、チャック間距離30mmで引張り、屈曲後の引張強さを求め、未疲労時の引張強さに対する100分率を求めることで、コードの屈曲疲労性を求めた。

- 15 -

密度、処理時間を表2のごとく変化させた条件下、炭素繊維束を陰極とし、表3のごとく調製したRFLの25%濃度のものと、酢酸銅をそれぞれ0.1g/l、5g/l、50g/l、130g/lの濃度の4種類変えたものとの各混合液を用いて、混合液を陽極として通電処理し、引続いて120℃で3分間乾燥し、次いで230℃に2分間熱処理して、銅とRFLの付着したコードを得た。尚、この処理の間は張力を50mg/dとした。

得られた炭素繊維コードにつき、引抜き力、2プライ剥離力、屈曲疲労強力保持率を測定したところ、表2のごとき結果であって、本発明の範囲の配合、優れたゴムとの接着性、疲労抵抗性を示した。

- 17 -

表 1 ゴム 配 合

天然ゴム R S S # 3	100部
亜鉛華	5部
ステアリン酸	2部
カーボンブラック (G P F)	50部
老化防止剤* 1	1部
アロマチック油	7部
硫黄	2.25部
加硫促進剤 D M* 2	1部

(注)

* 1 サントフレックス13(三菱モンサント社製)

* 2 ジベンソチアジルスルフィド
実施例1~2及び比較例1~2

アクリロニトリル系重合体繊維から得た炭素繊維束(炭素含量95.5%、体積電気抵抗値 $1.5 \times 10^{-1} \Omega \text{cm}$ 、単繊維直径 $7\mu\text{m}$ 、構成本数300本、強さ 380kgf/mm^2 、弾性率 $24 \times 10^3 \text{kgf/mm}^2$)を第1図に示した浴長1m、幅0.3m、浸漬長0.3mである装置によって、電圧、電流

- 16 -

表 2

	炭素繊維束処理				付着層		炭素繊維コード		
	電圧 (ボルト)	電流密度 (A/㎡)	処理時間 (秒)	酢酸銅濃度 (g/ℓ)	銅 (%)	RFL (%)	引抜き力 (kg)	2プライ剥離力 (kg)	屈曲疲労強度 保持率(%)
比較例1	5	0.5	5	0.1	(0.01)	25	16.2	20.3	71
実施例1	5	0.9	5	5.0	0.8	26	18.3	21.8	81
実施例2	5	1.0	5	50.0	7.3	27	17.0	24.1	85
比較例2	5	1.1	5	130.0	(15.8)	28	15.8	24.2	74

(注) : () 内の数値は本発明の範囲外である。

-18-

表 3 RFL配合

軟 水	387.6部
水酸化ナトリウム(10%水溶液)	6.3部
レゾルシン	23.1部
ホルマリン(37%)	25.6部
ニポール2518FS(40%)* 1	543.5部
アンモニア水(28%)	13.9部
計	1000.0部

(注)

* 1 ビニルピリジン・スチレン・ブタジエン

共重合ゴムラテックス(日本ゼオン社製)

実施例3~4及び比較例3~4

実施例1で用いた炭素繊維束を第2図に示した第1浴(浴長1m、幅0.3m、浸漬長0.3m)及び第2浴(浴長1m、幅0.3m、浸漬長0.3m)を備えた装置によって、電圧、電流密度、処理時間、第1浴の酢酸銅濃度を表4のごとくし、第2浴のRFL水分散液(組成は表3)の濃度を25%として、第1浴では炭素繊維束を陽極、浴を陰極とし、第2浴では、炭素繊維束を陽極、

浴を陰極として処理し、引続いて120℃にて3分間乾燥し、次いで、230℃にて2分間熱処理し、炭素繊維表面に、表4に示す付着層の銅層とRFL層を有するコードを得た。尚、この処理の後の強度は50N g/ℓとした。得られた炭素繊維束コードにつき、引抜き力、2プライ剥離力、屈曲疲労強度保持率を測定したところ表4のごとき結果であり、本発明の範囲の場合、優れたゴムとの接着性、疲労抵抗性を示した。

- 19 -

- 20 -

表 4

	炭素繊維束処理条件						付着量		炭素繊維コード			
	電圧 (ボルト)		電流密度 (A/cm ²)		処理時間 (秒)		銅 (%)	RFL (%)	引張力 (kg)	2プライ 剥離力 (kg)	屈曲疲労 強度保持率 (%)	
	第1浴	第2浴	第1浴	第2浴	第1浴	第2浴						
比較例3	5	5	0.9	0.5	5	5	0.1 (0.03)	25	18.5	20.5	76.9	
実施例3	5	5	1.0	0.5	5	5	5.0	25	18.4	21.9	85.3	
実施例4	5	5	1.0	0.5	5	5	50.0	26	17.3	26.3	88.2	
比較例4	5	5	1.1	0.5	5	5	130.0 (16.3)	26	16.3	26.8	75.4	

(注)：()内の数値は本発明の範囲外である。

-21-

4. 図面の簡単な説明

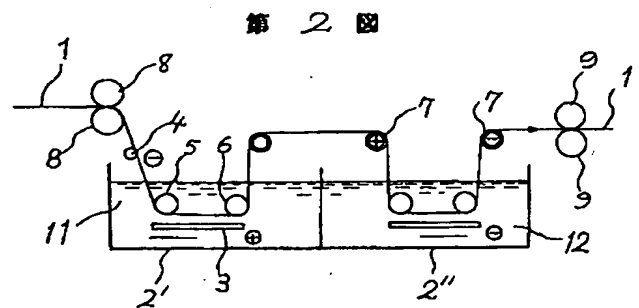
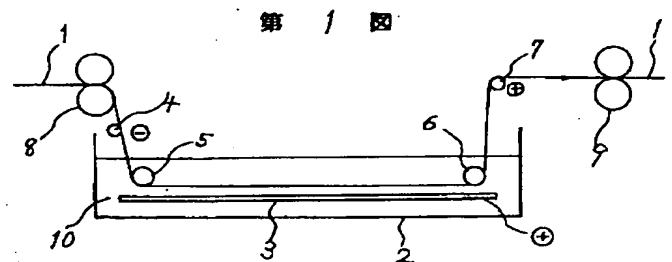
第1図及び第2図は本発明の実施に際し使用される装置の概念図を示したものであり、第1図は一浴処理、第2図は処理の1例を示したものである。

1：繊維束、2：処理浴、2'：第1浴、2''：第2浴、3：電極、4、7：通電用電極ローラー、5、6：ガイドローラー、8：供給ローラー、9：引取ローラー、10：処理液、11：銅化合物液、12：RFL水分散液

第3図は2プライ剥離テストに用いる試料の形状を示す説明図である。

a…ゴム膜、b…コード層。

特許出願人 東邦レーヨン株式会社
同 上 横浜ゴム株式会社
代理人弁理士 土 屋 三 郎



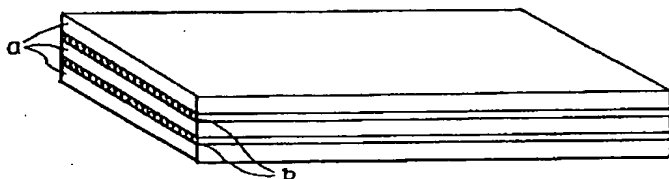
- 2 2 -


手 続 補 正 書

昭和61年12月 5 日

特 許 庁 長 官 殿

第 3 図



1. 事件の表示
昭和60年特許願第289307号
2. 発明の名称
接着性に優れたゴム補強用炭素繊維コード及びその製造法
3. 補正をする者 干 103
事件との関係 特許出願人
居 所 東京都中央区日本橋三丁目3番9号
名 称 (309) 東邦レーヨン株式会社 (他1名)
代表者 鍾 江 啓 藏
4. 代 理 人 干 105
住 所 東京都港区西新橋一丁目10番8号
第2森ビル 3階 303号
氏 名 (8467) 井理士 土 居 三 郎 (電話 501-3677番) 

5. 補正命令の日付 (自発)
6. 補正の対象 明細書の特許請求の範囲、発明の詳細な説明及び図面 (第1図および第2図のみ)
7. 補正の内容 下記
添紙のとおり

方 式 査 査



記

- (1) 明細書第1～2頁の特許請求の範囲を(別紙-1)のとおり訂正する。
- (2) 明細書第18頁「表2」を(別紙-2)のとおり訂正する。
- (3) 明細書第21頁「表4」を(別紙-3)のとおり訂正する。
- (4) 第1図および第2図を(別紙-4)のとおり訂正する。

以 上

(別紙-1)

2. 特許請求の範囲
- (1) 銅、ニッケル、亜鉛又はコバルトを、炭素繊維と前記銅等の合計量に対し0.1～10重量%、及び、レゾルシンホルムアルデヒド縮合物とゴムラテックスとの混合物を炭素繊維量に対し10～70重量%を付着したゴム補強用炭素繊維コード。
- (2) 銅、ニッケル、亜鉛若しくはコバルト又は前記銅等の化合物、及び、レゾルシンホルムアルデヒド縮合物とゴムラテックスとの混合物(以下該混合物をRFLという)を含む水分散液に炭素繊維束を浸漬し、或いは、まず銅、ニッケル、亜鉛若しくはコバルト又は前記銅等の化合物を含む水性液(第1浴)に、次いでRFLを含む水分散液(第2浴)に炭素繊維束を浸漬して、液と炭素繊維束との間に直流電流を通すことを特徴とするゴム補強用炭素繊維コードの製造法。
- (3) 銅、ニッケル、亜鉛若しくはコバルト又は

前記銅等の化合物、及びRFLを含む水分散液を陽極とし炭素繊維束を陰極とすることを特徴とする特許請求の範囲(2)項記載の製造法。

- (4) 第1浴において炭素繊維束を陰極とし、第2浴において炭素繊維束を陽極とすることを特徴とする特許請求の範囲(2)項記載の製造法。

【別紙-2】

表 2

	炭素繊維束処理				付着量		炭素繊維コード		
	電圧 (V/ルト)	電流密度 (A/m ²)	処理時間 (秒)	酢酸銅濃度 (g/l)	銅 (%)	RFL (%)	引抜き力 (kg/8mm)	2プライ剥離力 (kg/25mm)	屈曲疲労強力 保持率(%)
比較例1	5	0.5	5	0.1	(0.01)	25	16.2	20.3	71
実施例1	5	0.9	5	5.0	0.8	26	18.3	21.8	81
実施例2	5	1.0	5	50.0	7.3	27	17.0	24.1	85
比較例2	5	1.1	5	130.0	(15.8)	28	15.6	24.2	74

(注)：()内の数値は本発明の範囲外である。

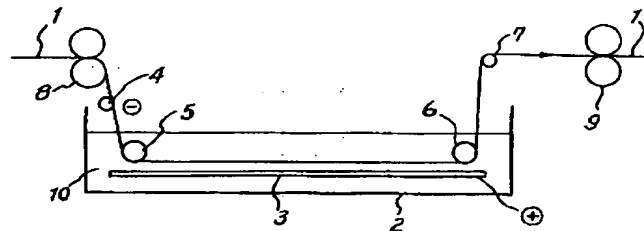
[別紙-3]

表 4

	炭素繊維束処理条件							付着量		炭素繊維コード		
	電圧 (ボルト)		電流密度 (A/cm ²)		処理時間 (秒)		酢酸銅濃度 (g/l)	銅 (%)	RFL (%)	引抜力 (kg/8mm)	2プライ 剥離力 (kg/25mm)	屈曲疲労 強度保持率 (%)
	第1浴	第2浴	第1浴	第2浴	第1浴	第2浴						
比較例3	5	5	0.9	0.5	5	5	0.1	(0.03)	25	16.5	20.5	76.9
実施例3	5	5	1.0	0.5	5	5	5.0	1.2	25	18.4	21.9	85.3
実施例4	5	5	1.0	0.5	5	5	50.0	8.5	26	17.3	26.3	86.2
比較例4	5	5	1.1	0.5	5	5	130.0	(16.3)	26	16.3	26.8	75.4

(注)：() 内の数値は本発明の範囲外である。

第 1 図



第 2 図

